

10/5322

PCT/JP 03/13471

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

2210.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

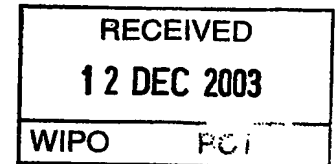
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年10月23日

出願番号
Application Number: 特願2002-308367

[ST. 10/C]: [JP 2002-308367]

出願人
Applicant(s): キヤノン株式会社

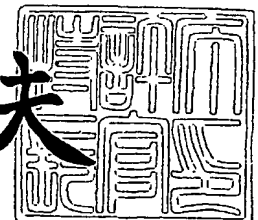


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 4794008

【提出日】 平成14年10月23日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 G11B 5/66

【発明の名称】 配向膜、配向膜を利用した磁気記録媒体、及び磁気記録再生装置

【請求項の数】 10

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キャノン株式会社
内

【氏名】 安居 伸浩

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キャノン株式会社
内

【氏名】 田 透

【特許出願人】

【識別番号】 000001007

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号

【氏名又は名称】 キャノン株式会社

【代表者】 御手洗 富士夫

【電話番号】 03-3758-2111

【代理人】

【識別番号】 100090538

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キャノン株式会社
内

【弁理士】

【氏名又は名称】 西山 恵三

【電話番号】 03-3758-2111

【選任した代理人】

【識別番号】 100096965

【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キャノン株式会社
社内

【弁理士】

【氏名又は名称】 内尾 裕一

【電話番号】 03-3758-2111

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011224

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9908388

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 配向膜、配向膜を利用した磁気記録媒体、及び磁気記録再生装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 貴金属を含み構成される配向膜であって、該配向膜は、MgO（001）層上に、4A族金属を含む層を介して設けられていることを特徴とする配向膜。

【請求項 2】 前記 4A 族金属を含む層の層厚は、0.1～3.0nm の範囲である請求項 1 記載の配向膜。

【請求項 3】 前記貴金属とは、Pt、Pd、Ir、Rh、Ag、あるいはこれらの組み合わせである請求項 1 乃至 2 に記載の配向膜。

【請求項 4】 前記 4A 族金属を含む層とは、Ti 層、Zr 層、Hf 層あるいはこれらの金属の組み合わせにより構成される層であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 記載の配向膜。

【請求項 5】 前記 4A 族金属を含む層とは、完全に膜ではなく、前記 MgO（001）層上に島上に分散している請求項 1 乃至 4 記載の配向膜。

【請求項 6】 基板上に、該基板側から前記 MgO（001）層、前記 4A 族金属を含む領域、前記配向膜、及び記録層がこの順に配置されていることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】 請求項 6 に記載の磁気記録媒体への磁気記録が可能な磁気ヘッド、及び該磁気ヘッドを駆動するための磁気ヘッド駆動部を有する磁気記録再生装置。

【請求項 8】 請求項 7 に記載の磁気記録再生装置に演算部及びメモリ部が接続されている情報処理装置。

【請求項 9】 配向膜の製造方法であって、MgO（001）層を有する部材を用意する第 1 の工程、該 MgO（001）層上に 4A 族金属を含む層を形成する第 2 の工程、及び該 4A 族金属を含む層上に貴金属を含み構成される配向膜を形成する第 3 の工程を有することを特徴とする配向膜の製造方法。

【請求項 10】 前記第 3 の工程は、前記 4A 族金属を含む層の温度が 25

0℃以上600℃未満である請求項9に記載の配向膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、配向膜に関する。より具体的には、垂直磁気記録媒体などに用いられる金属配向膜に関する。

【0002】

【従来の技術】

次世代垂直磁気記録媒体における記録層配向制御用、また酸化物強誘電体デバイスにおける酸化物強誘電体の配向制御用の電極層または下地層として、貴金属配向薄膜が重要視されている。特に、Pt、Pd、Ir(001)配向膜が重要である。

【0003】

しかし、これらの貴金属薄膜はスパッタリング法においては、通常室温・アルゴン雰囲気で基板材料に関わらず、(111)配向となりやすいことが知られている。したがって、容易に貴金属(001)配向薄膜を得ることは困難である。

【0004】

貴金属(001)配向薄膜を得るための手段はいくつか見出されている。例えば上記非特許文献1には、まず、基板温度を600℃近くに上げ、スパッタリングガスのアルゴンに酸素を50%混合することで、MgO(001)基板上にPt(001)配向を得ることが可能となることが示されている。

【0005】

【非特許文献1】

Kanji Iijima他 J. Appl. Phys. 60(1) p361
, 1 July 1986

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記配向膜に関する技術は、製造プロセスにおける基板温度を高くする必要がある。そこで、本発明は、基板温度600℃と高温にする必要の

無い、新たな配向膜及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0 0 0 7】

【課題を解決するための手段】

本発明に係る配向膜は、貴金属を含み構成される配向膜であって、該配向膜は、MgO（0 0 1）層上に、4 A族金属を含む層を介して設けられていることを特徴とする。

【0 0 0 8】

また、本発明に係る配向膜の製造方法は、MgO（0 0 1）層を有する部材を用意する第1の工程、該MgO（0 0 1）層上に4 A族金属を含む層を形成する第2の工程、及び該4 A族金属を含む層上に貴金属を含み構成される配向膜を形成する第3の工程を有することを特徴とする。特に、前記第3の工程は、前記4 A族金属を含む層の温度が2 5 0℃以上6 0 0℃未満であるのがよい。

【0 0 0 9】

また、本発明における貴金属配向膜は、MgO（0 0 1）膜とMgO（0 0 1）膜上にスパッタリング法で成膜される貴金属の（0 0 1）配向膜を有する貴金属配向薄膜において、該MgO（0 0 1）膜と貴金属の（0 0 1）膜の間に配向制御層として4 A族金属層を挿入することを特徴とする。上記4 A族金属層の膜厚は薄膜に換算して0. 1～3. 0 nmの範囲とすることができ、前記貴金属は、例えばPt、Pd、Ir、Rh、Ag、あるいはこれらの組み合わせである。また、4 A族金属層は、例えばTiやZrやHf層あるいはこれらの組み合わせである。基板上に前記貴金属配向薄膜を用い、更に記録層が配置されることにより垂直磁気記録媒体の提供が可能であり、更に磁気ヘッドとの組み合わせにより磁気記録再生装置の提供が可能である。更に、演算部やメモリ部を備えることにより、前記磁気記録再生装置を用いた情報処理装置の提供も可能である。

【0 0 1 0】

また、本発明における貴金属配向薄膜の製造方法は、MgO（0 0 1）膜とMgO（0 0 1）膜上にスパッタリング法で成膜される貴金属の（0 0 1）配向膜を有する貴金属配向薄膜の製造方法において、該MgO（0 0 1）膜上にスパッタリング法で配向制御層として4 A族金属層を形成する工程、続いて該4 A族金

属層上に貴金属をスパッタリング法で成膜する工程を有することを特徴とする。また、前記4A族金属層がTi、さらに貴金属がPtまたはPdであることを特徴とする。また、MgO(001)膜上にスパッタリング法で配向制御層として4A族金属層を形成する工程にあって、該MgO膜を加熱し250℃以上に昇温する工程、該4A族金属層の膜厚を薄膜に換算して0.1～3.0nm成膜する工程を有することを特徴とする。また、4A族金属層上に貴金属をスパッタリング法で成膜する工程にあって、工程中はMgO膜上の4A族金属層の温度が250℃以上に維持されていることを特徴とする。

【0011】

【発明の実施の形態】

(第1の実施形態：配向膜)

本発明に係る配向膜について説明する図1を用いて説明する。図1は本発明に係る配向膜の構成を示す模式図である。

【0012】

本発明に係る貴金属を含み構成される配向膜13は、MgO(001)層11上に、4A族金属を含む層12を介して設けられていることを特徴とする。これら配向膜13、MgO層11及び4A族金属を含む層12を総称して、多層膜、多層機能膜、あるいは多層配向膜と称することもできる。

【0013】

図1において、10は基板、11はMgO(001)層、12は配向制御層(4A族金属を含む層)、13は貴金属を含み構成される配向膜である。

【0014】

ここで、基板10は、必要に応じてMgO層下に配置することができ、250℃程度の加熱に耐えられるものならばガラスなどすべて利用可能である。

【0015】

また、MgO(001)層11は、バルクであっても薄膜でもかまわない。しかし、薄膜の場合スパッタリング法などで(001)配向させた膜を準備する必要がある。勿論、バルクを利用する場合は、前記基板を省略することもできる。

【0016】

配向制御層（４Ａ族金属層）１２は、０．１～３．０ｎｍの膜厚であることが好ましく、特に０．４～１．０ｎｍであることが好ましい。従って、配向制御層（４Ａ族金属層）１２は、極薄い場合には完全に膜であるわけではなく、ＭｇＯ（００１）層１１上に島状に分散していてもかまわない。また、配向制御層（４Ａ族金属層）１２では、Ｔｉ、Ｚｒ、Ｈｆ、あるいはこれらの組み合わせを用いることが可能である。特にＴｉが好ましい。また、多層の構成にしてもよい。

【００１７】

さらに、貴金属配向膜層１３は、Ｐｔ、Ｐｄ、Ｉｒ、Ｒｈ、Ａｇ、あるいはこれらの組み合わせが利用可能である。特にＰｔ、Ｐｄが有効である。前記の配向制御層（４Ａ族金属層）１２上へスパッタリング法で成膜すると基板温度が２５０℃以上であれば十分に（００１）配向する。

【００１８】

つまり、本発明に係る配向膜は、６００℃未満の温度、例えば３００℃以下の加熱温度域でも十分配向させることが可能であることが特徴である。もちろん、高温領域で配向することは言うまでもない。

【００１９】

ここで、貴金属配向膜層１３の配向の度合いを示す尺度として、Ｘ線回折のＰｔ（００２）とＰｔ（１１１）の回折線の強度比を使用する。つまり、次式

$$\text{配向度} [\%] = 100 \times F_{\text{Pt} (002)} / [F_{\text{Pt} (002)} + F_{\text{Pt} (111)}] \quad [1]$$

で表すことにする。

【００２０】

ここで、本発明における貴金属配向膜層の配向の程度は、当該配向膜を適用するデバイスに用いることが実質的に可能であれば特に制限されるものではないが、[1]式による配向度が９９％以上であることは好ましいものである。

さらに、貴金属配向膜はＰｔ、Ｐｄ、Ｉｒ、Ｒｈ、Ａｇは単体でなく、ＰｔＰｄなど混合物、またはその他のＴｉ、Ｚｒ、Ｈｆなどの元素が含まれていても良い。勿論、これらの貴金属を有する多層の構成にしてもよい。

【００２１】

(第2の実施形態：デバイス構成例)

＜貴金属配向膜を用いた垂直磁気記録媒体の構成＞

また、貴金属配向膜を利用した垂直磁気記録媒体について、その一例を図2を用いて説明する。

【0022】

特に、軟磁性層、保護層、潤滑層は、必要である場合に適用することが好ましく、ここではすべて挿入した形で説明する。

【0023】

図2の10は基板、21は軟磁性層、11はMgO(001)層、12配向制御層(4A族金属層)、13は貴金属配向薄膜層、22は記録層、23は保護層、24は潤滑層である。

【0024】

ここで、基板10はハードディスク用のガラス基板、アルミニウム基板など平坦なものであれば使用可能である。軟磁性層21は、垂直磁気記録においてヘッドからの磁場を記録層22に集中させるために必要である。また、11～13は、記録層22のL10:CoPt、またはL10:FePtなどからなる硬磁性体の配向を達成するために用いる。また、保護層23、潤滑層24は、ヘッドと媒体間の摩擦、磨耗に対する耐性を向上させるためのものである。

軟磁性層21は、NiFe、FeCoなど高透磁率のものが好ましいが、磁壁の移動にともなうノイズの発生の観点からは、FeTaC、などの磁性体を分離して磁壁を固定させるようなものが好ましい。

【0025】

また、記録層22は、貴金属配向薄膜の効果により配向制御されていることが好ましい。特に、電着法での作製においては貴金属配向薄膜の効果が顕著である。さらに、記録層22は3～10nmの直径を持った円柱状磁性体为非磁性体に一様に分散した状態であることが好ましい。このとき、磁性体としては高い垂直磁気異方性を有するL10:CoPt, L10:FePt等からなることが好ましい。しかし、磁性体として、L10:CoPt, L10:FePt等以外にもCo/Pt, Co/Pdなどの多層膜などが考えられ、ここに挙げたものに限定

するものではなく、高い垂直磁気異方性を有することが重要な要素である。また、製造においては電着法に限らず、スパッタリング法などの真空中での成膜法を用いても良い。

【0026】

また、保護層 23 は、磨耗に対する耐性を持つことが重要であり、ダイヤモンドカーボンが有力である。また、膜厚は役割を損ねない程度に薄いほうが好ましい。さらに、潤滑層 24 は、ヘッドと媒体間の行き交いをスムーズにするものであり、パーフルオロポリエーテルのような潤滑剤を塗布することで形成可能である。

【0027】

なお、本発明に係る配向膜を利用した垂直磁気記録媒体について説明したが、このような配向膜を有する機能素子あるいは機能デバイスとしては、当該配向膜上に強誘電体膜（例えば BT、PT、PZT、SBT 等のペロブスカイト構造、又は層状構造の強誘電体膜又は高誘電体膜）を備える機能素子（いわゆる強誘電体メモリ）などもある。

【0028】

（実施例 1）

本実施例においては、配向制御層（4A 族金属層）として Ti、貴金属としては Pt と Pd を取り上げ、Ti 層を挿入することによる効果を示す。

【0029】

まず、スパッタリング装置内に MgO 基板を導入し、基板温度を 300℃ に加熱する。背圧 4.0×10^{-5} Pa からアルゴンを導入し、 7.0×10^{-1} Pa において逆スパッタを RF パワー 150W で 120 秒実施後、Ti を RF パワー 150W で 4.5 Å 成膜した。引き続き Pt、Pd 層を RF パワー 300W で 20 nm 成膜した。これに対して、Ti 層を成膜せず、Pt、Pd 層のみを同じ条件で作製した試料も準備した。このときの Ti 層の膜厚は、完全な薄膜である必要は無く、記載する膜厚は薄膜に換算した場合の膜厚である。

【0030】

以上の Ti 層の有無と Pt、Pd の組み合わせからなる試料 4 種類を X 線回折

測定により、Pt、Pd層の配向度を算出した。

【0031】

その結果、表に示すようにTi層がない場合には、Pt、Pd層ともに(002)回折線は観察されず、式[1]

$$\text{配向度} [\%] = 100 \times F(002) / [F(002) + F(111)]$$

で表す配向度は、0%であった。しかし、Ti層を有する場合は、双方共に99%を超える高い配向度を有することが判明した。

【0032】

【表1】

	Pt層配向度 (%)	Pd層配向度 (%)
Ti層なし	0%	0%
Ti層あり	99.4%	99.1%

【0033】

(実施例2)

本実施例においては、貴金属、特にPtの配向がどこまで低温で可能であるかに関する。

【0034】

MgO基板をスパッタリング装置に導入し、基板温度を室温、200℃、250℃、300℃の4つの条件で過熱した。実施例1と同様に各温度で、背圧 4.0×10^{-5} Paからアルゴンを導入し、 7.0×10^{-1} Paにおいて逆スパッタをRFパワー150Wで120秒実施後、TiをRFパワー150Wで4.5 Å成膜した。引き続きPt層をRFパワー300Wで20 nm成膜した。

【0035】

そして、これらが配向しているか確認するためにX線回折測定を行った。

【0036】

その結果、表に示すように各温度での配向度を式[1]

$$\text{配向度} [\%] = 100 \times F(002) / [F(002) + F(111)]$$

で算出した。

【0037】

【表 2】

	室温	200℃	250℃	300℃
配向度 (%)	0%	29.1%	99.3%	99.4%

【0038】

以上から、200℃と250℃の間で大きく配向度が変化することが判明した。おおよそ250℃以上では99%以上配向することが確認できる。なお、前記温度は、基板温度であるが、実質的には4A族金属層の温度と考えることができる。

【0039】

(実施例3)

本実施例では、上記の貴金属配向薄膜を用いた磁気記録媒体に関する。

【0040】

まず、ハードディスク用ガラス基板に軟磁性層を300nm成膜し、その後MgO(001)層を3nm成膜したものを準備した。そこに実施例2の基板温度250℃でのスパッタリング条件でTi層を0.45nm、Pt層を5nm成膜して貴金属配向薄膜を形成した。

【0041】

さらに、その上に図3に示すようなL10:FePtの円柱が酸化シリコンに分散した膜25nmを記録層として形成し、ダイヤモンドライクカーボン保護膜を3nm、さらに潤滑層のパーフルオロポリエーテルを塗布した。このときの記録層のL10:FePtの円柱の直径は、5～6nmである。また、記録層の形成には酸化シリコンに5～6nmの微細な孔のあいた膜中に貴金属配向薄膜のPtを電極層としてFePtを電着、その後熱処理することで微細なL10:FePtの円柱を分散させる手法を用いた。この作成方法では、貴金属配向薄膜の効果により記録層のL10:FePtの円柱も(001)方向に配向している。

【0042】

上記の場合と異なり、貴金属配向薄膜でなくPt層を(111)配向とした膜で同様の媒体を形成したものを準備した。この場合は、L10:FePtの円柱

は (111) 配向している。

【0043】

また、これら Pt (001)、Pt (111) の2種類に対して、軟磁性層のない試料も準備した。

【0044】

まず、軟磁性層のない記録層のみの試料で比較すると、Pt (001) 貴金属配向薄膜を用いた方では、M-H曲線で基板垂直方向に角形比0.95の高い垂直磁気異方性を有していることが判明したが、他方Pt (111) を有する方は面内、垂直の双方ともに同程度のM-H曲線で角形比が0.5程度であった。従って、Pt (001) 貴金属配向薄膜を用いた場合には垂直磁気記録媒体として利用できることが判明した。

【0045】

また、軟磁性層を有する試料において、この媒体に磁気ヘッドをコンタクトさせて記録を行うと、垂直磁気異方性を有するPt (001) 貴金属配向薄膜を用いた試料で垂直磁気記録が磁気力顕微鏡の観察で確認できる。よって、Pt (001) 等の貴金属配向薄膜を用いた垂直磁気記録媒体が有効であることが確認できる。

【0046】

ただし、記録層の形成はこの手法に限るものではなく、スパッタリング法でCo/PtやCo/Pdの多層膜を貴金属配向薄膜上に配向性を有したまま形成することも可能である。また、L10:FePt、L10:CoPtのグラニューラ膜を形成してもよい。

【0047】

(実施例4)

本実施例においては、おおまかに図4にあるような構成の磁気記録装置が構成可能である。

【0048】

本発明の媒体では、貴金属配向薄膜により記録層の磁性体が配向しており、垂直磁気記録媒体として、無数の円柱状磁性体の磁化方向によって情報を記録する

ことが可能である。そこで、本発明の記録媒体を図4のような磁気記録媒体駆動部42と磁気ヘッド43と磁気ヘッド駆動部44と信号処理部45からなる装置に組み立てることで、磁気記録装置を形成することが可能である。ただし、本実施例により磁気記録媒体の駆動は回転のみ、磁気ヘッドの駆動は円周上のスライドのみに限定されるものではない。

【0049】

(実施例5)

本実施例は、情報処理装置に関するものである。

【0050】

前記、実施例4に記載の磁気記録再生装置は、情報の出し入れが可能であるため、図5に示すように、前記磁気記録再生装置部52とメモリ部分54と演算部53と外部入出力部56と電源55とこれらをつなぐ配線57を格納容器51に収めた情報処理装置を形成することが可能である。勿論、前述の磁気記録再生装置をCPUなどを有するコンピュータとその外部で（あるいは内部で）接続することにより情報処理装置を形成することもできる。

【0051】

【発明の効果】

本発明により、貴金属を含み構成される配向膜である(001)配向した貴金属配向膜の形成において、4A族金属を有する層をMgO層と当該配向膜間に介在させることにより600℃未満の低温で形成可能な配向膜の提供ができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の貴金属配向膜の実施態様の一例を示す模式図である。

【図2】

貴金属配向膜を用いた磁気記録媒体の一例を示す模式図である。

【図3】

記録層の模式図である。

【図4】

磁気記録再生装置の概念図である。

【図 5】

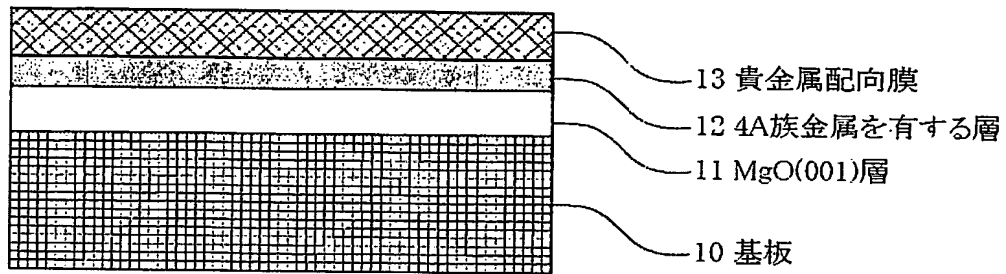
情報処理装置の概念図である。

【符号の説明】

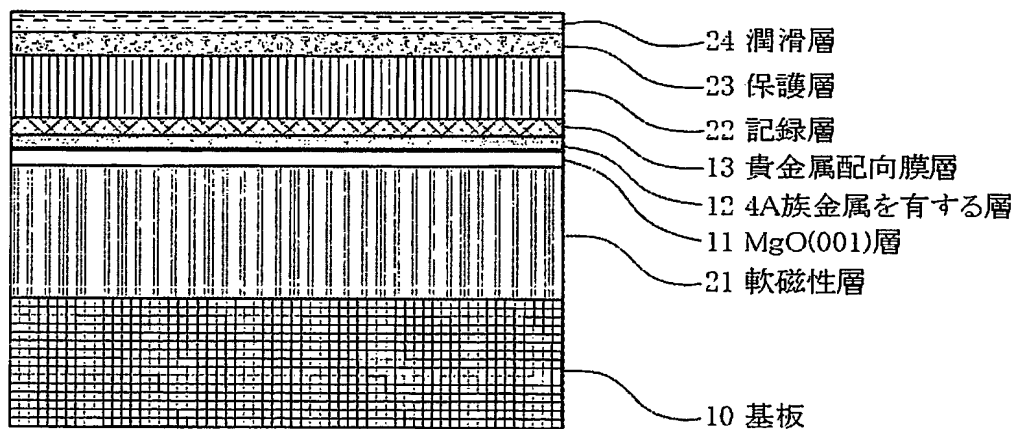
- 10 基板
- 11 MgO (001) 層
- 12 配向制御層 (4A 族金属層)
- 13 貴金属配向薄膜
- 21 軟磁性層
- 22 記録層
- 23 保護層
- 24 潤滑層
- 30 非磁性体部分
- 31 柱状磁性体部分
- 32 柱状磁性体の直径
- 33 柱状磁性体の間隔
- 41 磁気記録媒体
- 42 磁気記録媒体駆動部
- 43 磁気ヘッド
- 44 磁気ヘッド駆動部
- 45 信号処理部
- 51 格納容器
- 52 磁気記録再生装置部
- 53 演算部
- 54 メモリ部
- 55 電源
- 56 外部入出力部
- 57 配線

【書類名】 図面

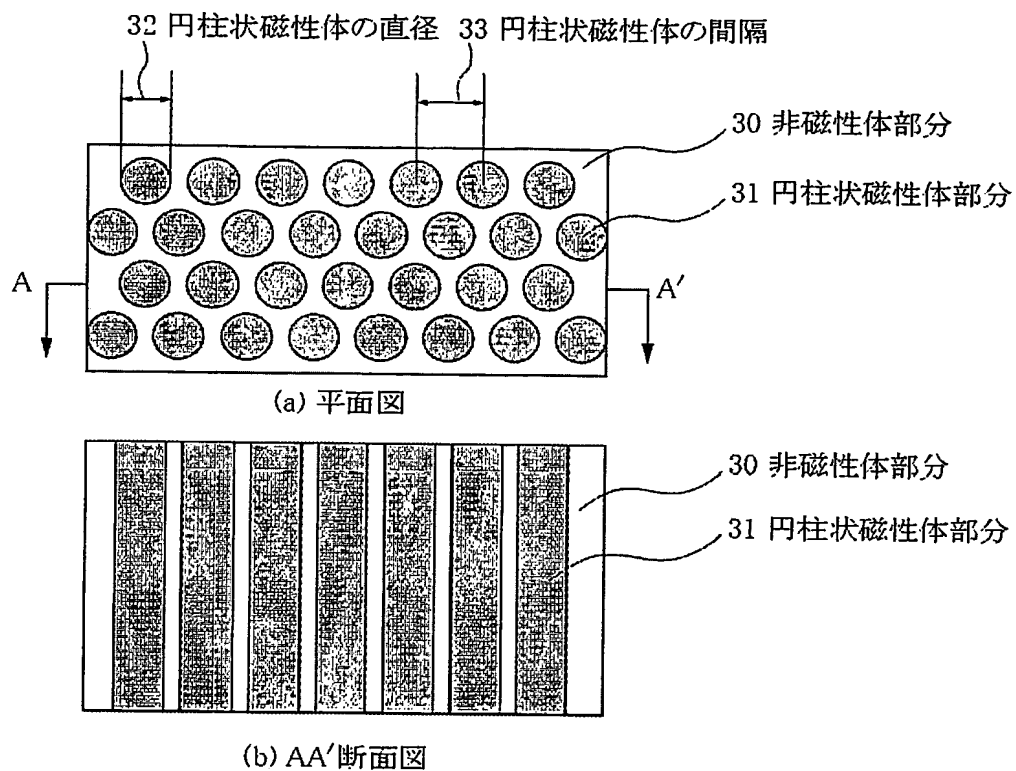
【図 1】



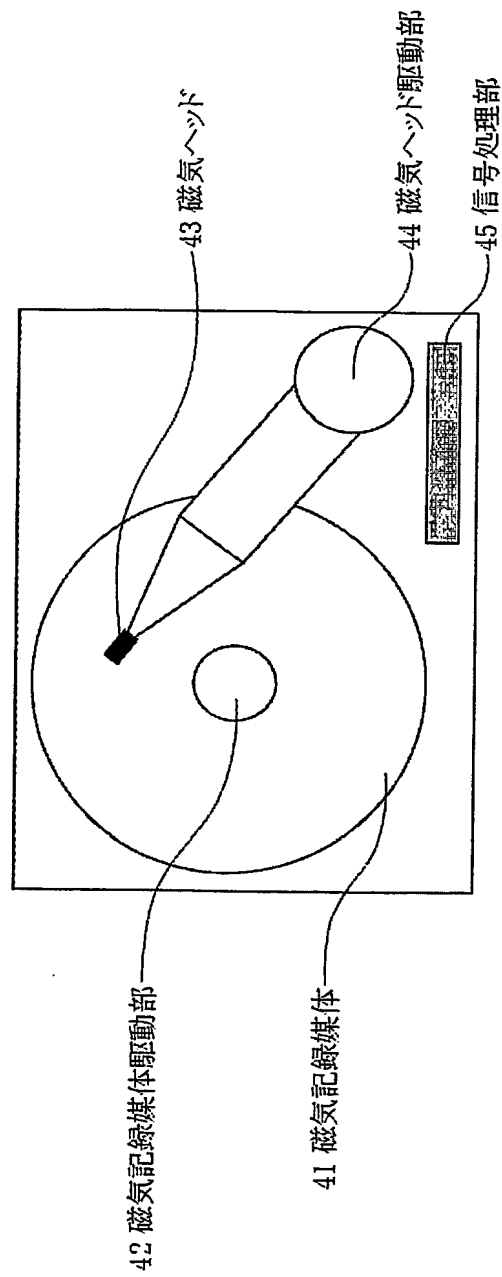
【図 2】



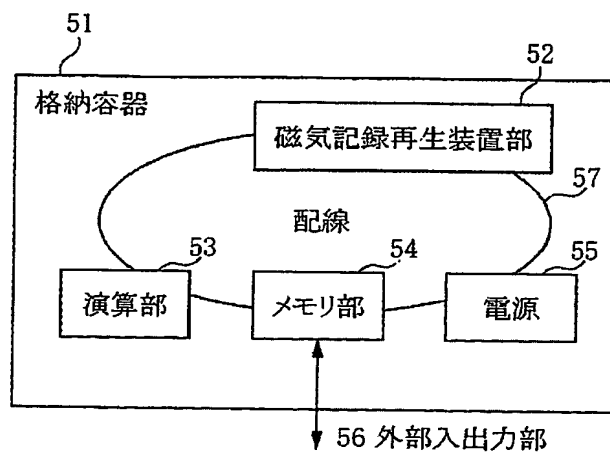
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 低温プロセスで形成可能な配向膜を提供する。

【解決手段】 貴金属を含み構成される配向膜であって、該配向膜 1 3 は、MgO (0 0 1) 層 1 1 上に、4 A 族金属を含む層 1 2 を介して設けられていることを特徴とする。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 2 - 3 0 8 3 6 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 1 0 0 7]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都大田区下丸子 3 丁目 3 0 番 2 号

氏 名

キャノン株式会社